

ABSTRACT ATTACHED

(19)



Europäisches Patentamt
European Patent Office
Office européen des brevets



(11)

EP 0 637 641 B1

(12)

FASCICULE DE BREVET EUROPEEN

(45) Date de publication et mention
de la délivrance du brevet:
02.09.1998 Bulletin 1998/36

(51) Int Cl.⁶: **D04H 1/42, D04H 3/16**

(21) Numéro de dépôt: **94470018.6**

(22) Date de dépôt: **10.06.1994**

(54) **Non-tissé à base de polymères dérivés de l'acide lactique, procédé de fabrication et utilisation d'un tel non-tissé**

Vliesstoff bestehend aus Polymeren von Milchsäurederivaten und Herstellverfahren und Anwendung eines solchen Vliesstoffes

Nonwoven containing an acid lactic polymer derivate, process of making and use thereof

(84) Etats contractants désignés:
AT BE CH DE DK ES GB GR IT LI LU NL SE

(30) Priorité: **02.08.1993 FR 9309649**

(43) Date de publication de la demande:
08.02.1995 Bulletin 1995/06

(73) Titulaire: **FIBERWEB FRANCE SA**
68600 Biesheim (FR)

(72) Inventeurs:
• **Bertrand, Eric**
F-68320 Muntzenheim (FR)
• **Gulpouy, Philippe**
F-68500 Guebwiller (FR)
• **Lauffenburger, Patrick**
F-68600 Vogelgrun (FR)
• **Ehret, Philippe**
F-68320 Fortschwihr (FR)

(74) Mandataire: **Poupon, Michel**
B.P. 421
3, rue Ferdinand Brunot
88011 Epinal Cédex (FR)

(56) Documents cités:
EP-A- 0 150 024 EP-A- 0 510 999
EP-A- 0 530 987 FR-A- 2 083 552
US-A- 4 045 418

- **DATABASE WPI Section Ch, Week 9230,**
Derwent Publications Ltd., London, GB; Class
A23, AN 92-247298 & JP-A-4 168 150 (SHIMADZU
CORP) 16 Juln 1992
- **DATABASE WPI Section Ch, Week 9042,**
Derwent Publications Ltd., London, GB; Class
A94, AN 90-3153322 & JP-A-2 222 421 (CHUKO
KASEI) 5 Septembre 1990

Il est rappelé que: Dans un délai de neuf mois à compter de la date de publication de la mention de la délivrance du brevet européen, toute personne peut faire opposition au brevet européen délivré, auprès de l'Office européen des brevets. L'opposition doit être formée par écrit et motivée. Elle n'est réputée formée qu'après paiement de la taxe d'opposition. (Art. 99(1) Convention sur le brevet européen).

EP 0 637 641 B1

Description

La présente invention concerne le domaine des non-tissés, notamment des non-tissés au moins partiellement dégradable, et a pour objet un non-tissé totalement dégradable et assimilable par l'environnement, son procédé de fabrication et ses différentes utilisations.

Actuellement, la plupart des non-tissés produits sont réalisés à base de polymères synthétiques, tels que le polypropylène, le polyéthylène, les polyesters ou encore les polyamides, qui sont pratiquement non dégradables, notamment non biodégradables, ce d'autant plus qu'ils intègrent souvent des stabilisants ou d'autres additifs qui prolongent leur durée de vie.

En vue de tenter de pallier cet inconvénient, il a été proposé d'inclure des agents photosensibles dans la composition des filaments des non-tissés afin de déclencher une réaction de photo-oxydation.

Il a également été proposé de produire des non-tissés à partir de polymères thermoplastiques dérivés de l'amidon ou encore à base de polycaprolactones ou de polyhydroxybutyrate/polyhydroxyvalérate.

Toutefois, les produits non-tissés obtenus ne présentent pas de propriétés suffisamment satisfaisantes (résistances mécaniques, propriétés physico-chimiques) permettant leur mise en oeuvre et, en outre, leur prix de revient est trop élevé en regard des polymères synthétiques.

De plus, les filaments obtenus en ces matériaux présentent toujours des titres importants, rarement inférieurs à 10 dtex, du fait de la nature et des caractéristiques des matériaux utilisés.

Le problème posé à la présente invention consiste donc à concevoir un non-tissé entièrement biodégradable, compostable et assimilable par l'environnement, dont les filaments présentent un très faible titre et dont les coûts de revient sont faibles et les propriétés mécaniques et physico-chimiques sensiblement équivalentes à celles des polymères synthétiques.

A cet effet la présente invention a pour objet un non-tissé constitué de filaments en un matériau polymère, caractérisé en ce que tous les filaments qui le composent sont réalisés entièrement en un polymère ou en un mélange de polymères, dérivé(s) de l'acide lactique.

L'utilisation de polymères dérivés de l'acide lactique est connu dans des produits biodégradables aucun des documents n'enseigne des non-tissés constitués de filaments réalisés uniquement à base d'acide lactique.

EP-A-0530 987 décrit une composition à base d'amidon et d'acide lactique. Tous les exemples concernant la fabrication de films à partir de ces compositions contenant de l'acide lactique et de l'amidon. La présence d'amidon est nécessaire dans cette invention. Il n'y a aucune indication dans ce document que l'acide lactique pourrait être utilisé seul. De même si il est mentionné qu'à partir de ces compositions contenant de l'amidon on peut faire des filaments, tous les exemples ne montrent que des films. EP-A-0510 999 décrit un article qui à l'aspect d'un non-tissé obtenu par la formation d'un film comportant des bulles à base de composition d'acides lactiques qui lorsqu'elles disparaissent font place à une structure en réseau. Le produit décrit dans ce document ressemble à un non-tissé mais n'est pas un non-tissé. En outre pour former les bulles il y a nécessité d'avoir un produit "moussant" (0.2-10 parts en poids pour 100 parts en poids de la composition à base d'acide lactiques.) qui se retrouve dans le produit final.

L'invention a également pour objet un procédé pour la réalisation d'un non-tissé tel que mentionné ci-dessus, caractérisé en ce qu'il consiste essentiellement à introduire une masse solide de polymères ou d'un mélange de polymères, dérivé(s) de l'acide lactique, dans une extrudeuse chauffée, à chauffer de manière contrôlée ladite masse en la travaillant, afin d'obtenir une masse fondue homogène et présentant une viscosité déterminée, à transporter ensuite ladite masse fondue jusqu'à un dispositif de filière pour la formation de filaments, à refroidir et à étirer les filaments ainsi obtenus, à déposer lesdits filaments, sans orientation préférentielle, sur un tapis collecteur circulant, de manière à former une nappe ou un voile non-tissé et, enfin, le cas échéant, à solidariser lesdits filaments de ladite nappe ou dudit voile entre eux au niveau d'au moins une partie de leurs points de croisement mutuels et/ou à traiter lesdits filaments de ladite nappe par immersion, enduction, imprégnation ou pulvérisation.

L'invention sera mieux comprise grâce à la description ci-après, qui se rapporte à des modes de réalisation préférés, donnés à titre d'exemples non limitatifs, et expliqués avec référence aux dessins schématiques annexés, dans lesquels:

la figure 1 représente schématiquement un ensemble extrudeuse-filière pour la mise en oeuvre du procédé conforme à l'invention;

la figure 2 représente un dispositif pour la mise en oeuvre du procédé selon un premier mode de réalisation de l'invention;

la figure 3 représente un dispositif pour la mise en oeuvre du procédé selon un second mode de réalisation de l'invention;

les figures 4 et 5 représentent des courbes montrant, respectivement, l'évolution de la viscosité et de la contrainte de cisaillement en fonction du taux de cisaillement pour deux polymères dérivés de l'acide lactique et utilisés pour la réalisation d'un non-tissé selon l'invention.

Conformément à cette dernière, tous les filaments composant le non-tissé sont réalisés entièrement (à 100% de leur composition) en un polymère ou en un mélange de polymères, dérivé(s) de l'acide lactique.

Selon une première caractéristique de l'invention, ledit ou lesdits polymères constituant lesdits filaments est (sont) dérivé(s) d'acide lactique L ou d'acide lactique D ou encore d'un mélange d'acides lactiques L et D.

5 Ledit polymère ou ledit mélange de polymères dérivé(s) de l'acide lactique présente avantageusement une masse moléculaire comprise entre 100 000 g/mol et 200 000 g/mol et un indice de polydispersité compris entre environ 1 et environ 3.

De plus, ledit ou lesdits polymères dérivé(s) de l'acide lactique possèdent une température de transition vitreuse comprise entre 45°C et 55°C et une température de fusion comprise entre 165°C et 180°C.

10 A titre d'exemple, un polymère A, pouvant être mis en oeuvre pour la réalisation d'un non-tissé conforme à l'invention, peut être obtenu en faisant réagir dans un réacteur de l'acide lactique avec un catalyseur, sous la forme d'octoate stanneux mélangé audit acide lactique avec un taux de 0,11% en poids.

Le polymère ci-dessus, ayant à la sortie du réacteur une température de 209°C, présente une masse moléculaire moyenne en poids de 132 000 g/mol, un indice de polydispersité de 1,9, une température de transition vitreuse de 15 51,5°C et une température de fusion de 170,3°C.

Il est également possible d'obtenir, avec les conditions opératoires indiquées ci-dessus, un polymère B, dérivé de l'acide lactique et pouvant être utilisé pour la réalisation d'un non-tissé conforme à l'invention, ledit polymère B présentant une masse moléculaire moyenne en poids de 158 000 g/mol, un indice de polydispersité de 2,1, une température de transition vitreuse de 49°C et une température de fusion de 171,6°C.

20 Certaines autres caractéristiques des polymères A et B apparaîtront à l'homme du métier à la vue des figures 4 et 5 des dessins annexés.

Les polymères A et B précités, ainsi que d'autres polymères dérivés de l'acide lactique et susceptibles de servir de matériau de base pour la réalisation de non-tissés conformes à l'invention, sont décrits plus en détail, en ce qui concerne leur obtention et leurs caractéristiques, dans la demande de brevet finlandais n° 923167 déposée le 9 juillet 25 1992 par la société Nesté Oy.

Conformément à une autre caractéristique de l'invention, le titre des filaments constituant le non-tissé est compris entre 0,5 et 10 dtex, avantageusement entre 1 et 5 dtex et préférentiellement entre 2,5 et 4,5 dtex, ledit non-tissé pouvant, en outre, en vue d'augmenter la tenue mécanique et la résistance du voile ou de la nappe non-tissée, comporter des soudures de géométries différentes entre filaments sur environ 5% à 50% de sa surface, obtenue par 30 calandrage à chaud, préférentiellement sur 12%, 24% ou 48%.

Par ailleurs les filaments constituant le non-tissé selon l'invention, peuvent également être traités en vue d'acquérir des propriétés physico-chimiques particulières et, par exemple, présenter des propriétés d'hydrophilie ou d'hydrophobie, obtenues par imprégnation ou pulvérisation d'agents tensio-actifs.

Le non-tissé selon l'invention, tel que décrit ci-dessus, pourra être avantageusement utilisé en tant que composant 35 partiel ou en tant que constituant unique d'un article jetable, notamment à usage unique, et plus particulièrement, suite à un traitement adapté, en tant que composant hydrophile, notamment voile de surface, d'un produit d'hygiène jetable, par exemple d'une couche ou d'une serviette périodique à usage unique ou en tant que composant hydrophobe, notamment surface barrière, d'un produit d'hygiène jetable, par exemple d'une couche ou d'une serviette périodique à usage unique, ce en réalisant un non-tissé sur la base du polymère A précité.

40 A l'aide du polymère B précité, il sera possible de réaliser un non-tissé pouvant être mis en oeuvre en tant que paillage ou voile de protection pour des cultures.

L'invention a également pour objet, comme le montrent les figures 1, 2 et 3 des dessins annexés, un procédé de réalisation d'un non-tissé tel que décrit ci-dessus, ledit procédé consistant essentiellement à introduire, à partir d'un réservoir, par exemple, et sous forme granuleuse ou poudreuse, une masse solide de polymères ou d'un mélange de 45 polymères, dérivé(s) de l'acide lactique, dans une extrudeuse 2 chauffée, à chauffer de manière contrôlée ladite masse en la travaillant, afin d'obtenir une masse fondue homogène et présentant une viscosité déterminée, à transporter ensuite ladite masse fondue jusqu'à un dispositif de filière 3, 3' pour la formation de filaments, à refroidir et à étirer les filaments ainsi obtenus, à déposer lesdits filaments, sans orientation préférentielle, sur un tapis collecteur 4 circulant, de manière à former une nappe ou un voile non-tissé et, enfin, le cas échéant, à solidariser lesdits filaments de ladite 50 nappe entre eux au niveau d'au moins une partie de leurs points de croisement mutuels et/ou à traiter lesdits filaments de ladite nappe par immersion, enduction, imprégnation ou pulvérisation, ce par l'intermédiaire, le cas échéant, d'un poste de calandrage 5 et/ou d'un poste de traitement 6 correspondant à travers lesquels le voile ou la nappe non-tissée peut passer après sa formation.

Bien entendu, le voile ou la nappe non-tissée est finalement mis en laize et enroulé(e) au niveau d'un poste à 55 enrouleuse 7 adapté.

L'extrudeuse 2 mise en oeuvre présente avantageusement une seule vis 2' (voir figures 2 et 3) et son corps est entouré d'une pluralité de colliers de chauffage délimitant, dans ledit corps, des zones de chauffage Z1 à Z5 (voir figure 1) pouvant présenter des valeurs croissantes de température entre l'entrée d'alimentation de l'extrudeuse 2, reliée au

réservoir 1, et la sortie de ladite extrudeuse 2.

Selon une première variante de réalisation de l'invention, et comme le montre la figure 2 des dessins annexés, le procédé consiste à pousser la matière fondue issue de l'extrudeuse 2 à travers une filière 3 composée de plusieurs champs, avantageusement sept, puis à refroidir les filaments issus de chaque champ par un flux d'air 8, à étirer ensuite lesdits filaments, par effet Venturi, dans des buses 9 et, enfin, à déposer les filaments étirés sur un tapis collecteur 4 circulant sans orientation préférentielle et de manière homogène, par l'intermédiaire de séparateurs 10.

Un tel procédé est plus généralement connu sous la désignation LURGI dans les réalisations de non-tissés usuels. Conformément à l'invention, l'extrudeuse 2 est préférentiellement maintenue à une température comprise entre 185°C et 204°C, conférant à la masse de polymère(s) dérivé(s) de l'acide lactique une viscosité déterminée autorisant sa manipulation et son transport, sans toutefois en altérer le ou les constituants.

Selon une deuxième variante de réalisation de l'invention, et comme le montre la figure 3 des dessins annexés, le procédé peut également consister à pousser la matière fondue issue de l'extrudeuse 2 à travers une filière 3' monobloc, puis à refroidir les filaments obtenus au moyen d'un flux d'air 8 et à les étirer dans une fente 11 et, enfin, à déposer lesdits filaments étirés sur ledit tapis collecteur 4 ou défilement, sans orientation préférentielle et de manière homogène.

En outre, un dispositif d'aspiration 11' est situé sous le tapis collecteur 4, créant un effet de succion au niveau de ce dernier, destiné à plaquer les filaments contre lui.

Un tel procédé est plus généralement connu sous la désignation S-Tex pour les réalisations de non-tissés synthétiques.

Conformément à une caractéristique de l'invention, la température de l'extrudeuse 2 est avantageusement comprise, pour ce second mode de réalisation, entre 245°C et 295°C.

Selon une troisième variante de réalisation de l'invention, non représentée aux dessins annexés, le procédé conforme à l'invention peut également consister à pousser la matière fondue à travers une filière présentant une multitude de trous en ligne, puis à étirer les filaments obtenus par l'intermédiaire de courants d'air chauds circulant autour de la filière et en direction du tapis collecteur, et, enfin, à projeter lesdits filaments, sans orientation préférentielle et de manière homogène, sur ledit tapis collecteur en déplacement.

De manière avantageuse, la température de la matière fondue issue de l'extrudeuse 2 est fixée, d'une part, par un premier circuit de chauffage 12 comprenant un premier fluide caloporteur, lors de son transport de l'extrudeuse 2 vers la filière 3, 3' et, d'autre part, par un deuxième circuit de chauffage 13 comprenant un deuxième fluide caloporteur, distincts desdits premiers dispositifs et fluides, au niveau de la filière 3, 3', ladite matière fondue pouvant ainsi être portée à des températures différentes en fonction des opérations à subir.

Le premier fluide caloporteur, par exemple du type connu sous la désignation marlo, pourra conférer à la masse fondue une température suffisante pour son transfert de l'extrudeuse 2 vers la filière 3, 3', alors que le second fluide caloporteur, par exemple du type connu sous la désignation dyphil, portera ladite masse fondue à une température plus importante permettant son filage.

En vue de garantir une qualité constante du voile ou de la nappe de non-tissé, il est préférable d'alimenter la filière 3, 3' au moyen de pompes volumétriques 14 reliés à la sortie de l'extrudeuse 2 (figure 2 et 3) ou par l'intermédiaire d'une pompe de surpression 15 (figure 1).

Conformément à une caractéristique de l'invention, le taux d'étirage des filaments est avantageusement compris entre 100% et 1000%, et le voile ou la nappe de non-tissé obtenu(e) peut être traité(e) par imprégnation ou par pulvérisation d'agents tensio-actifs.

A titre d'exemple pratique de mise en oeuvre du procédé conforme à l'invention, il est indiqué ci-après les valeurs des différents paramètres opératoires essentiels intervenant dans le procédé de fabrication des non-tissés selon l'invention obtenus selon la première variante de réalisation (Tableau 1) ou selon la seconde variante de réalisation, mentionnées ci-dessus (tableau 2), mentionnées ci-dessus.

TABLEAU 1

Nature des paramètres	Lieu/ objet concerné	Unités	Valeurs
			essai
vitesse	extrudeuse (vis)	t/mn	15 à 90
	pompes volum.	t/mn	4 à 20
	tapis	m/mn	> 6
débit	extrudeuse	kg/h	25 à 140
température	zone 1	°C	190±5
	zone 2	°C	200±5

EP 0 637 641 B1

TABLEAU 1 (suite)

Nature des paramètres	Lieu/ objet concerné	Unités	Valeurs
			essai
	zone 3	°C	200±5
	zone 4	°C	200±5
	zone 5	°C	200±5
	1° circ. chauffe	°C	210±5
	filière	°C	195±5
	2° cir. chauffe	°C	210±5
pression	extrudeuse	bars	14
	surpression	bars	84
	pompes volum.	bars	50
	filière	bars	50
	2° circ. chauffe	bars	3
température air vitesse air aspiration vit. filament taux étirage	refroidissement	°C	15±5
		m/s	0,5 à 2,5
	étirage	mm/CE	75
		m/s	10 à 90
T° picots °C T° lisse pression	calandre	%	200 à 900
		°C	105±15
		daN/cm	105±15
vitesse gommage taux prod. actif type	traitement imprégnation	50±10	
		m/mn	3
		%	12
		/	silvet

TABLEAU 2

Nature des paramètres	Lieu/objet concerné	Unités	Valeurs
vitesse	extrudeuse (vis)	t/mn	15 à 80
	pompes volumét.	t/mn	4 à 22
	tapis	m/mn	5 à 200
débit		Kg/h	< 140
température	zone 1	°C	250±5
	zone 2	°C	290±5
	zone 3	°C	290±5
	zone 4	°C	290±5
	zone 5	°C	290±5
	1° circ. chauffe	°C	200±5
	filière	°C	240±5
	2° circ. chauffe	°C	245±5
pression	extrudeuse	bars	37
	surpression	bars	46
	pompes volum.	bars	24
	filière	bars	18
aspiration		mm de CE	50

TABLEAU 2 (suite)

Nature des paramètres	Lieu/objet concerné	Unités	Valeurs
vit. filament.	étirage	m/s	2 < < 30
taux d'étirage		%	150 < < 900
T° picots	calandre	°C	132±5
T° lisse		°C	132±5
pression		daN/cm	50
vitesse gommage	traitement	m/mn	3
taux prod. actif	imprégnation	%	12
type		/	silvet

Les valeurs médianes des paramètres opératoires indiqués dans le tableau 1 permettent d'obtenir des non-tissés pouvant être utilisés pour des applications en agriculture et en hygiène et présentant les caractéristiques mentionnées dans les tableaux 3 et 4 ci-après, ce en fonction du polymère, respectivement A (tableau 3) et B (tableau 4), utilisé pour leur réalisation.

TABLEAU 3

poids		g/m ²	20	25
tension	md	N/5cm	22	26,5
	cd	N/5cm	8,5	10
élongation	md	%	2.5	2.5
	cd	%	2.5	2.4
perméabilité air	(10 pa)	1/m ² /s	1500	1300
absorption	temps	s	<3	<3
filament	titre	dtex	2.2	2.5
mfr	(12 190°C)	/	/	400

TABLEAU 4

poids		g/m ²	50	100
tension	md	N/5cm	60.2	110.5
	cd	N/5cm	23.5	40.5
élongation	md	%	3.1	3.5
	cd	%	2.9	3.5
perméabilité air	(10 pa)	1/m ² /s	650	300
absorption	temps	s	<3	<3
filaments	titre	dtex	2.2	2.2
mfr	(12 190°C)	/	400	400

Les tableaux 3 et 4 ci-dessus indiquent, outre les caractéristiques classiques telles que poids, tension de rupture et élongation (suivant la direction machine:md et perpendiculairement à cette dernière:cd) et titre des filaments du non-tissé obtenu, certaines caractéristiques particulières dudit non-tissé telles que perméabilité à l'air (sous une dépression de 10 Pascal), coefficient d'absorption (temps de passage de 5 cm³ d'urine à travers le voile ou la nappe de non-tissé - norme Edam 150-1-90) ou encore indice de fluidité (mfr - Norme ISO 1133 à T = 190°C).

Les quatre non-tissés décrits dans les tableaux 3 et 4 ont été traités, comme le montre le tableau 1 précédent, au moyen d'un tensio-actif connu sous la désignation SILVET (marque) par la société Union Carbide.

Afin de tester le degré et la vitesse de dégradabilité des non-tissés conformes à l'invention, des échantillons présentant les caractéristiques mentionnées dans le tableau 3, destinés plus particulièrement à des articles d'hygiène, ont été mélangés à des déchets végétaux alimentaires et transformés en compost et humus dans un réacteur du type

composteur.

Pendant huit jours, la température dans le réacteur était fixée à 55°C, l'humidité du mélange maintenue à 50 % et l'alimentation en air assurée.

Après cette période, il a été constaté que le non-tissé s'était considérablement dégradé et que seuls quelques filaments étaient encore visibles.

Le compost a ensuite été extrait du réacteur et étalé à l'air libre pendant 10 semaines. A la fin de cette deuxième période plus aucun filament n'était apparent et la décomposition du non-tissé était totale.

De même, des non-tissés présentant les caractéristiques mentionnées au tableau 4 ont été utilisés comme voiles de paillage en cultures maraîchères et horticoles pour lutter contre les mauvaises herbes, en remplacement des produits phytosanitaires.

En testant ces non-tissés sur des jeunes plants de conifères et de laitues, il a été constaté les propriétés suivantes:

- contrôle des mauvaises herbes sans utilisation d'herbicides (examen du nombre d'adventices et de leur taille),
- activation des microorganismes du sol, les non-tissés constituant un excellent substrat de culture,
- limitation de l'évaporation (hygrométrie supérieure à 80% à 22°C).

La dégradabilité du non-tissé est assurée à la fois par l'arrosage, les pluies et l'activité des microorganismes.

Les prélèvements effectués sur les voiles en test ont permis de constater que les propriétés mécaniques chutaient de 10% en 2 mois.

Revendications

1. Non-tissé constitué de filaments en un matériau polymère, caractérisé en ce que tous les filaments qui le composent sont réalisés entièrement en un polymère ou en un mélange de polymères, dérivé(s) de l'acide lactique.
2. Non-tissé selon la revendication 1, caractérisé en ce que ledit ou lesdits polymères constituant lesdits filaments est (sont) dérivé(s) d'acide lactique L ou D.
3. Non-tissé selon la revendication 1, caractérisé en ce que ledit ou lesdits polymères constituant lesdits filaments sont obtenus à partir d'un mélange d'acides lactiques L et D.
4. Non-tissé selon l'une quelconque des revendications 1 à 3, caractérisé en ce que ledit polymère ou ledit mélange de polymères dérivé(s) de l'acide lactique présente une masse moléculaire comprise entre 100 000 g/mol et 200 000 g/mol et un indice de polydispersité compris entre environ 1 et environ 3.
5. Non-tissé selon l'une quelconque des revendications 1 à 4, caractérisé en ce que ledit ou lesdits polymères présente(nt) une température de transition vitreuse comprise entre 45°C et 55°C et une température de fusion comprise entre 165°C et 180°C.
6. Non-tissé selon l'une quelconque des revendications 1 à 5, caractérisé en ce que le titre des filaments constituant ledit non-tissé est compris entre 0,5 et 10 dtex, avantageusement entre 1 et 5 dtex et préférentiellement entre 2,5 et 4,5 dtex.
7. Non-tissé selon l'une quelconque des revendications 1 à 6, caractérisé en ce qu'il comporte des soudures de géométries différentes entre filaments sur environ 5% à 50% de sa surface, obtenue par calandrage à chaud.
8. Non-tissé selon l'une quelconque des revendications 1 à 7, caractérisé en ce que les filaments présentent des propriétés d'hydrophilie ou d'hydrophobie, obtenues par imprégnation ou pulvérisation d'agents tensio-actifs.
9. Procédé de fabrication d'un non-tissé selon l'une quelconque des revendications 1 à 8, caractérisé en ce qu'il consiste essentiellement à introduire une masse solide de polymères ou d'un mélange de polymères, dérivé(s) de l'acide lactique, dans une extrudeuse (2) chauffée, à chauffer de manière contrôlée ladite masse en la travaillant, afin d'obtenir une masse fondue homogène et présentant une viscosité déterminée, à transporter ensuite ladite masse fondue jusqu'à un dispositif de filière (3, 3') pour la formation de filaments, à refroidir et à étirer les filaments ainsi obtenus, à déposer lesdits filaments, sans orientation préférentielle, sur un tapis collecteur (4) circulant, de manière à former une nappe ou un voile non-tissé et, enfin, le cas échéant, à solidariser lesdits filaments de ladite nappe entre eux au niveau d'au moins une partie de leurs points de croisement mutuels et/ou à traiter lesdits

filaments de ladite nappe par immersion, enduction, imprégnation ou pulvérisation.

- 5 10. Procédé selon la revendication 9, caractérisé en ce qu'il consiste à pousser la matière fondue issue de l'extrudeuse (2) à travers une filière (3) composée de plusieurs champs, avantageusement sept, puis à refroidir les filaments issus de chaque champ par un flux d'air (8), à étirer ensuite lesdits filaments, par effet Venturi, dans des buses (9) et, enfin, à déposer les filaments étirés sur un tapis collecteur (4) circulant sans orientation préférentielle et de manière homogène, par l'intermédiaire de séparateurs (10).
- 10 11. Procédé selon la revendication 10, caractérisé en ce qu'il consiste à maintenir l'extrudeuse (2) à une température comprise entre 185°C et 205°C.
- 15 12. Procédé selon la revendication 9, caractérisé en ce qu'il consiste à pousser la matière fondue issue de l'extrudeuse (2) à travers une filière (3') monobloc, puis à refroidir les filaments obtenus au moyen d'un flux d'air (8) et à les étirer dans une fente (11) sous l'action d'une aspiration générée par un dispositif (14) adapté sous le tapis collecteur (4) au niveau de la fente (11) et, enfin, à déposer lesdits filaments étirés sur ledit tapis collecteur (4) ou défilement, sans orientation préférentielle et de manière homogène.
- 20 13. Procédé selon la revendication 12, caractérisé en ce qu'il consiste à maintenir l'extrudeuse (2) à une température comprise entre 245°C et 295°C.
- 25 14. Procédé selon la revendication 9, caractérisé en ce qu'il consiste à pousser la matière fondue à travers une filière présentant une multitude de trous en ligne, puis à étirer les filaments obtenus par l'intermédiaire de courants d'air chauds circulant autour de la filière et en direction du tapis collecteur, et, enfin, à projeter lesdits filaments, sans orientation préférentielle et de manière homogène, sur ledit tapis collecteur en déplacement.
- 30 15. Procédé selon l'une quelconque des revendications 9 à 14, caractérisé en ce que la température de la matière fondue issue de l'extrudeuse (2) est fixée, d'une part, par un premier circuit de chauffage (12) comprenant un premier fluide caloporteur, lors de son transport de l'extrudeuse (2) vers la filière (3, 3') et, d'autre part, par un deuxième circuit de chauffage (13) comprenant un deuxième fluide caloporteur, distincts desdits premiers dispositifs et fluides, au niveau de la filière (3, 3'), ladite matière fondue pouvant ainsi être portée à des températures différentes en fonction des opérations à subir.
- 35 16. Procédé selon l'une quelconque des revendications 9 à 15, caractérisé en ce qu'il consiste à alimenter la filière (3, 3') au moyen de pompes volumétriques (14) reliés à la sortie de l'extrudeuse (2) ou par l'intermédiaire d'une pompe de surpression (15).
- 40 17. Procédé selon l'une quelconque des revendications 9 à 16, caractérisé en ce que le taux d'étirage des filaments est compris entre 100% et 1000%.
- 45 18. Procédé selon l'une quelconque des revendications 9 à 17, caractérisé en ce que la nappe de non-tissé obtenue est traitée par imprégnation ou par pulvérisation d'agents tensio-actifs.
- 50 19. Utilisation d'un non-tissé selon l'une quelconque des revendications 1 à 8 en tant que composant partiel ou en tant que constituant unique d'un article jetable, notamment à usage unique.
- 55 20. Utilisation d'un non-tissé selon l'une quelconque des revendications 1 à 8 en tant que composant hydrophile, notamment voile de surface, d'un produit d'hygiène jetable, par exemple d'une couche ou d'une serviette périodique à usage unique.
21. Utilisation d'un non-tissé selon l'une quelconque des revendications 1 à 8 en tant que composant hydrophobe, notamment surface barrière, d'un produit d'hygiène jetable, par exemple d'une couche ou d'une serviette périodique à usage unique.
22. Utilisation d'un non-tissé selon l'une quelconque des revendications 1 à 8 en tant que paillage ou voile de protection pour des cultures.

Patentansprüche

1. Vlies, das aus Fäden aus einem Polymermaterial gebildet ist, **dadurch gekennzeichnet**, daß alle Fäden, aus denen es zusammengesetzt ist, vollständig aus einem Polymer oder aus einem Polymergemisch hergestellt sind, das ein Derivat von Milchsäure ist.
2. Vlies gemäß Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß das oder die die Fäden bildende(n) Polymer(e) Derivat (e) von Milchsäure des Typs L oder D ist (sind).
3. Vlies gemäß Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß das oder die die Fäden bildende(n) Polymer(e) Derivat (e) ausgehend von einer Mischung von Milchsäuren des Typs L und D ist (sind).
4. Vlies gemäß einem der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, daß das Polymer oder das Polymergemisch als Derivat von Milchsäure eine Molekularmasse zwischen 100 000 g/mol und 200 000 g/mol und einen Polydispersionsindex zwischen etwa 1 und etwa 3 aufweist.
5. Vlies gemäß einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß das Polymer oder die Polymere eine Glasübergangstemperatur zwischen 45° C und 55° C und eine Schmelztemperatur zwischen 165° C und 180° C aufweist/aufweisen.
6. Vlies gemäß einem der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, daß die längenbezogene Masse der das Vlies bildenden Fäden zwischen 0,5 und 10 dtex, vorteilhafterweise zwischen 1 und 5 dtex und bevorzugt zwischen 2,5 und 4,5 dtex liegt.
7. Vlies gemäß einem der Ansprüche 1 bis 6, dadurch gekennzeichnet, daß es über einen Bereich von etwa 5% bis 50% seiner Oberfläche zwischen Fäden Verschweißungen mit verschiedenen Geometrien aufweist, die durch Kalandrieren unter Wärmeeinwirkung entstanden sind.
8. Vlies gemäß einem der Ansprüche 1 bis 7, dadurch gekennzeichnet, daß die Fäden hydrophile oder hydrophobe Eigenschaften aufweisen, die durch Imprägnierung oder Pulverauftrag mit oberflächenaktiven Substanzen erhalten worden sind.
9. Verfahren zur Herstellung eines Vlieses gemäß einem der Ansprüche 1 bis 8, **dadurch gekennzeichnet**, daß es im wesentlichen daraus besteht, eine feste Masse von Polymeren oder einer Mischung von Polymeren, das (die) Derivat(e) von Milchsäure ist (sind), in einen erwärmten Extruder (2) einzuführen, unter Bearbeitung die Masse in kontrollierter Weise zu erwärmen, um eine homogene geschmolzene Masse mit einer vorbestimmten Viskosität zu erhalten, anschließend die geschmolzene Masse zur Bildung von Fäden zu einer Spinn düsenvorrichtung (3, 3') zu überführen, die somit erhaltenen Fäden abzukühlen und zu strecken, die Fäden ohne bevorzugte Ausrichtung auf ein umlaufendes Sammelband (4) zu bringen, um eine vliesartige Lage oder eine Schicht zu bilden, und schließlich gegebenenfalls die Fäden der Lage untereinander in Bereich wenigstens eines Teils ihrer gegenseitigen Kreuzungspunkte miteinander zu verbinden und/oder die Fäden der Lage durch Immersion, Beschichtung, Imprägnierung oder Pulverauftrag zu behandeln.
10. Verfahren gemäß Anspruch 9, dadurch gekennzeichnet, daß es das Drücken des aus dem Extruder (2) austretenden geschmolzenen Materials in eine aus mehreren, vorzugsweise sieben Nutzbereichen zusammengesetzte Spinn düse (3), dann die Abkühlung der aus jedem Nutzbereich austretenden Fäden durch eine Luftströmung (8), anschließend das Strecken der Fäden in Düsen (9) durch den Venturi-Effekt und schließlich das Aufbringen der gestreckten Fäden ohne bevorzugte Ausrichtung auf ein umlaufendes Sammelband (4) mittels Trennmittel (10) in homogener Weise aufweist.
11. Verfahren gemäß Anspruch 10, dadurch gekennzeichnet, daß es das Halten des Extruders (2) bei einer Temperatur zwischen 185° C und 205° C aufweist.
12. Verfahren gemäß Anspruch 9, dadurch gekennzeichnet, daß es das Drücken des aus dem Extruder (2) austretenden geschmolzenen Materials in eine einstückige Spinn düse (3'), dann die Abkühlung der erhaltenen Fäden durch eine Luftströmung (8) und die Streckung in einem Spalt (11) unter der Wirkung einer durch eine dazu eingerichtete, im Bereich des Spalts (11) unterhalb des Sammelbands (4) angeordnete Vorrichtung (14) erzeugten Ansaugung und schließlich das Aufbringen der gestreckten Fäden auf dem Sammelband (4) oder Durchlauf ohne

bevorzugte Ausrichtung in homogener Weise aufweist.

13. Verfahren gemäß Anspruch 12, dadurch gekennzeichnet, daß es das Halten des Extruders (2) bei einer Temperatur zwischen 245° C und 295° C aufweist.
14. Verfahren gemäß Anspruch 9, dadurch gekennzeichnet, daß es das Drücken des geschmolzenen Materials durch eine Vielzahl von ausgerichteten Löchern aufweisende Spinnöse, dann das Strecken der erhaltenen Fäden mittels um die Spinnöse sowie in Richtung des Sammelbands strömenden Heißluftströmungen und schließlich das Spritzen der Fäden ohne bevorzugte Ausrichtung in homogener Weise unter Aufbringen auf das Sammelband aufweist.
15. Verfahren gemäß einem der Ansprüche 9 bis 14, dadurch gekennzeichnet, daß die Temperaturen des aus dem Extruder (2) austretenden Materials während dessen Transport von dem Extruder (2) zu der Spinnöse (3, 3') einerseits durch einen ein erstes Wärmetransportfluid aufweisenden ersten Erwärmungskreis (12) und andererseits durch einen ein zweites Wärmetransportfluid aufweisenden zweiten Erwärmungskreis (13), der von den ersten Vorrichtungen und Fluiden verschieden und im Bereich der Spinnöse (3, 3') angeordnet ist, stabil gehalten ist, so daß in Abhängigkeit der durchzuführenden Vorgänge das geschmolzene Material auf verschiedenen Temperaturen gehalten werden kann.
16. Verfahren gemäß einem der Ansprüche 9 bis 15, dadurch gekennzeichnet, daß die Spinnöse (3, 3') mittels an den Auslaß des Extruders (2) angeschlossenen Verdrängervakuumumpfen (14) oder mittels einer Überdruckpumpe (15) betrieben wird.
17. Verfahren gemäß einem der Ansprüche 9 bis 16, dadurch gekennzeichnet, daß der Streckgrad der Fäden zwischen 100% und 1000% liegt.
18. Verfahren gemäß einem der Ansprüche 9 bis 17, dadurch gekennzeichnet, daß die Lage des erhaltenen Vlieses durch Imprägnierung oder Pulverauftrag mit oberflächenaktiven Substanzen behandelt wird.
19. Verwendung eines Vlieses gemäß einem der Ansprüche 1 bis 8 als teilweiser oder als alleiniger Bestandteil eines Wegwerfartikels insbesondere zur einmaligen Verwendung.
20. Verwendung eines Vlieses gemäß einem der Ansprüche 1 bis 8 als hydrophiler Bestandteil insbesondere einer Oberflächenlage eines Wegwerfhygieneartikels, beispielsweise einer endlosen Unterlage oder eines endlosen Tuchs zur einmaligen Verwendung.
21. Verwendung eines Vlieses gemäß einem der Ansprüche 1 bis 8 als hydrophober Bestandteil insbesondere einer Oberflächenbarriere eines Wegwerfhygieneartikels, beispielsweise einer endlosen Unterlage oder eines endlosen Tuchs zur einmaligen Verwendung.
22. Verwendung eines Vlieses gemäß einem der Ansprüche 1 bis 8 als Abdeckung oder Schutzlage für Kulturen.

Claims

1. Non-woven fabric made up of filaments formed from a polymeric material, characterised in that all of the filaments which comprise it are formed entirely from a polymer, or from a mixture of polymers, derived from lactic acid.
2. Non-woven fabric according to claim 1, characterised in that said polymer or said polymers making up said filaments is (are) derived from L or D lactic acid.
3. Non-woven fabric according to claim 1, characterised in that said polymer or said polymers making up said filaments are obtained from a mixture of L and D lactic acids.
4. Non-woven fabric according to any of claims 1 to 3, characterised in that said polymer or said mixture of polymers derived from lactic acid has a molecular mass of between 100 000 g/mol and 200 000 g/mol and a polydispersity index of between about 1 and about 3.

5. Non-woven fabric according to any of claims 1 to 4, characterised in that said polymer or said polymers has or have a vitreous transition temperature of between 45°C and 55°C and a fusion temperature of between 165°C and 180°C.
- 5 6. Non-woven fabric according to any of claims 1 to 5, characterised in that the titer of the filaments making up said non-woven fabric is between 0.5 and 10 dtex, advantageously between 1 and 5 dtex and preferably between 2.5 and 4.5 dtex.
7. Non-woven fabric according to any of claims 1 to 6, characterised in that it comprises different geometrical seams
10 between filaments over about 5% to 50% of its surface, obtained by hot calendering.
8. Non-woven fabric according to any of claims 1 to 7, characterised in that the filaments have hydrophilic or hydrophobic properties, obtained by impregnation or pulverisation of surfactants.
- 15 9. Method of manufacturing a non-woven fabric according to any of claims 1 to 8, characterised in that it essentially comprises introducing a solid mass of polymers or of a mixture of polymers, derived from lactic acid, into a heated extruder (2), heating said mass in a controlled manner while working it, in order to obtain a molten mass which is homogeneous and has a specific viscosity, subsequently transporting said molten mass to a die (3, 3') for forming
20 filaments, cooling and extracting the filaments thus obtained, laying said filaments, without preferential orientation, on a circulatory collecting belt (4), so as to form a non-woven cloth or sheet and, finally, if necessary, interlocking said filaments of said cloth at the level of at least a portion of their mutually intersecting points and/or treating said filaments of said cloth by immersion, coating, impregnation or pulverisation.
- 25 10. Method according to claim 9, characterised in that it comprises pushing the molten material produced from the extruder (2) through a die (3) composed of a plurality of sections, advantageously seven, then cooling the filaments produced from each section by a flow of air (8), subsequently extracting said filaments, by Venturi effect, into nozzles (9) and, finally, laying the extracted filaments on a circulatory collecting belt (4), without preferential orientation and in a homogeneous manner, through the intermediary of separators (10).
- 30 11. Method according to claim 10, characterised in that it comprises maintaining the extruder (2) at a temperature of between 185°C and 205°C.
- 35 12. Method according to claim 9, characterised in that it comprises pushing the molten material produced from the extruder (2) through a one-piece die (3'), then cooling the filaments obtained by means of a flow of air (8) and extracting them in a slot (11) by means of suction generated by a device (14) adapted under the collecting belt (4) at the level of the slot (11) and, finally, laying said extracted filaments on said collecting belt (4) or separating means, without preferential orientation and in a homogeneous manner.
- 40 13. Method according to claim 12, characterised in that it comprises maintaining the extruder (2) at a temperature of between 245°C and 295°C.
- 45 14. Method according to claim 9, characterised in that it comprises pushing the molten material through a die having a plurality of holes in alignment, then extracting the filaments obtained by means of hot air currents circulatory around the die and in the direction of the collecting belt and, finally, projecting said filaments, without preferential orientation and in a homogeneous manner, onto said moving collecting belt.
- 50 15. Method according to any of claims 9 to 14, characterised in that the temperature of the molten material produced from the extruder (2) is fixed, on the one hand, by a first heating circuit (12) comprising a first heat-carrying fluid, during its transportation from the extruder (2) to the die (3, 3') and, on the other hand, by a second heating circuit (13) comprising a second heat-carrying fluid, distinct from said first devices and fluids, at the level of the die (3, 3'), said molten material thus being able to be carried at different temperatures depending on the operations to be carried out.
- 55 16. Method according to any of claims 9 to 15, characterised in that it comprises feeding the die (3, 3') by means of volumetric pumps (14) connected to the outlet of the extruder (2) or through the intermediary of a high-pressure pump (15).
17. Method according to any of claims 9 to 16, characterised in that the rate of extraction of the filaments is between

100% and 1000%.

- 5
18. Method according to any of claims 9 to 17, characterised in that the sheet of nonwoven fabric obtained is treated by impregnation or by pulverisation with surfactants.
19. Use of a non-woven fabric according to any of claims 1 to 8 as a partial component of or as a single constituent of a disposable article, more especially for single usage.
- 10
20. Use of a non-woven fabric according to any of claims 1 to 8 as a hydrophilic component, more especially a surface sheet, of a disposable hygienic product, for example a nappy or sanitary towel for single usage.
21. Use of a non-woven fabric according to any of claims 1 to 8 as a hydrophobic component, more especially a barrier surface, of a disposable hygienic product, for example a nappy or sanitary towel for single usage.
- 15
22. Use of a non-woven fabric according to any of claims 1 to 8 as a matting or protection sheet for cultures.

20

25

30

35

40

45

50

55

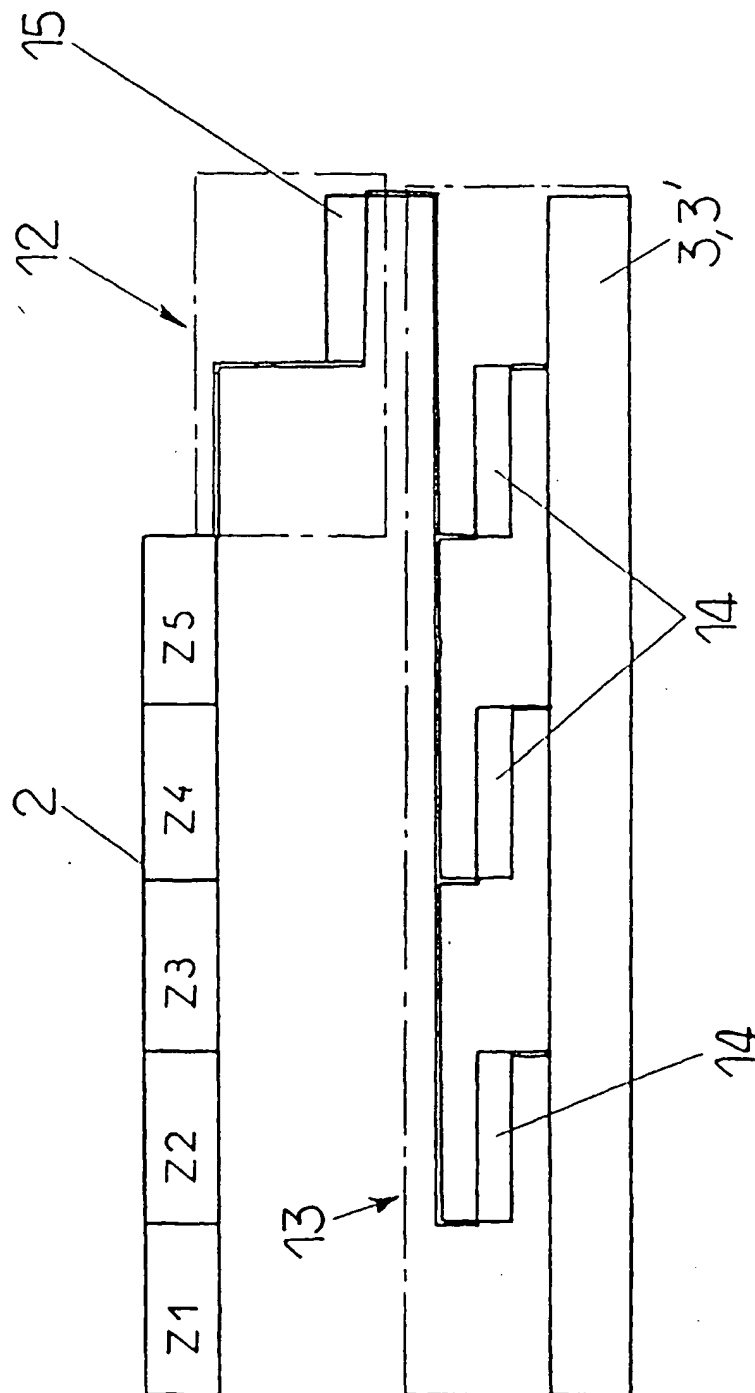


Fig. 1

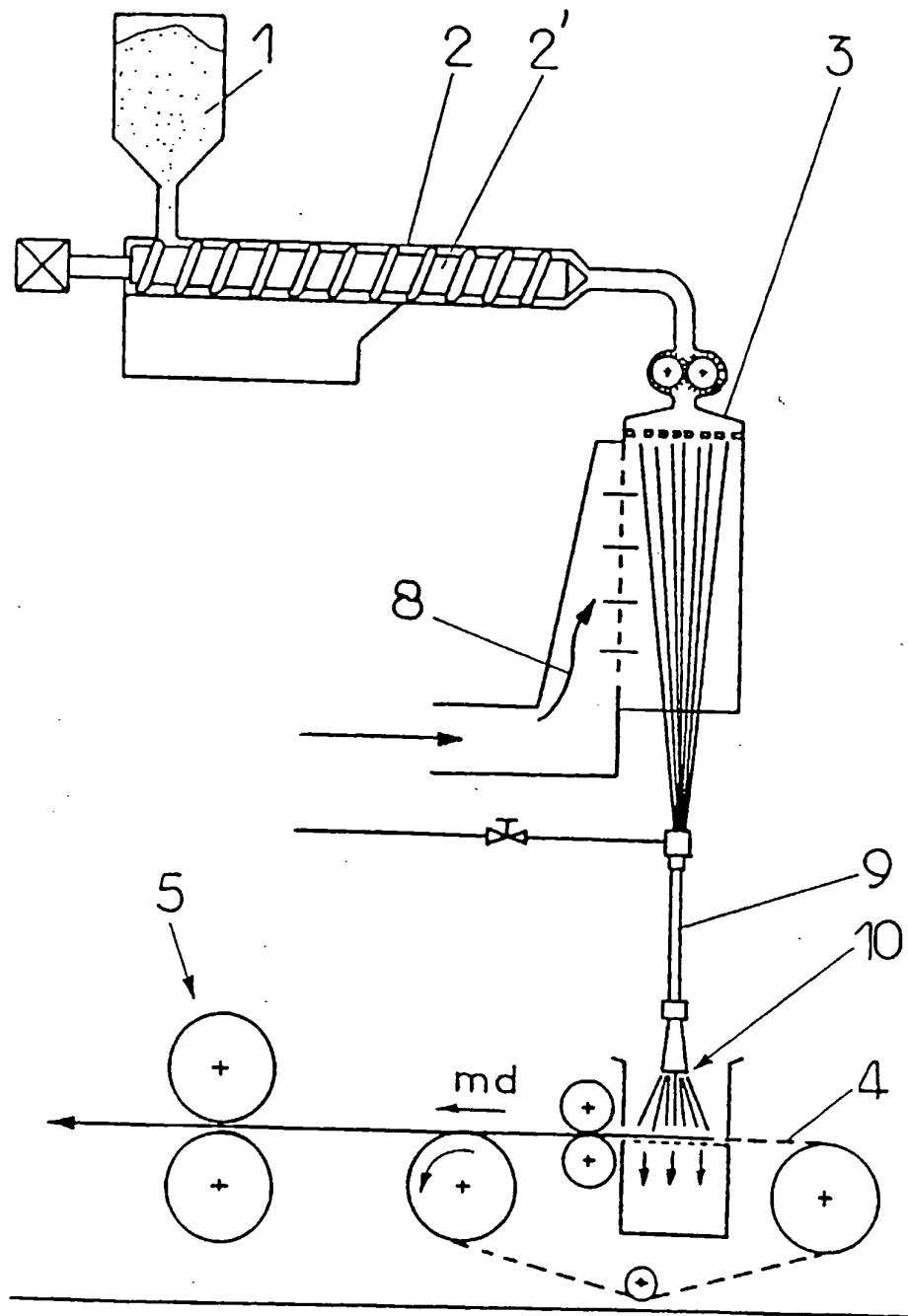
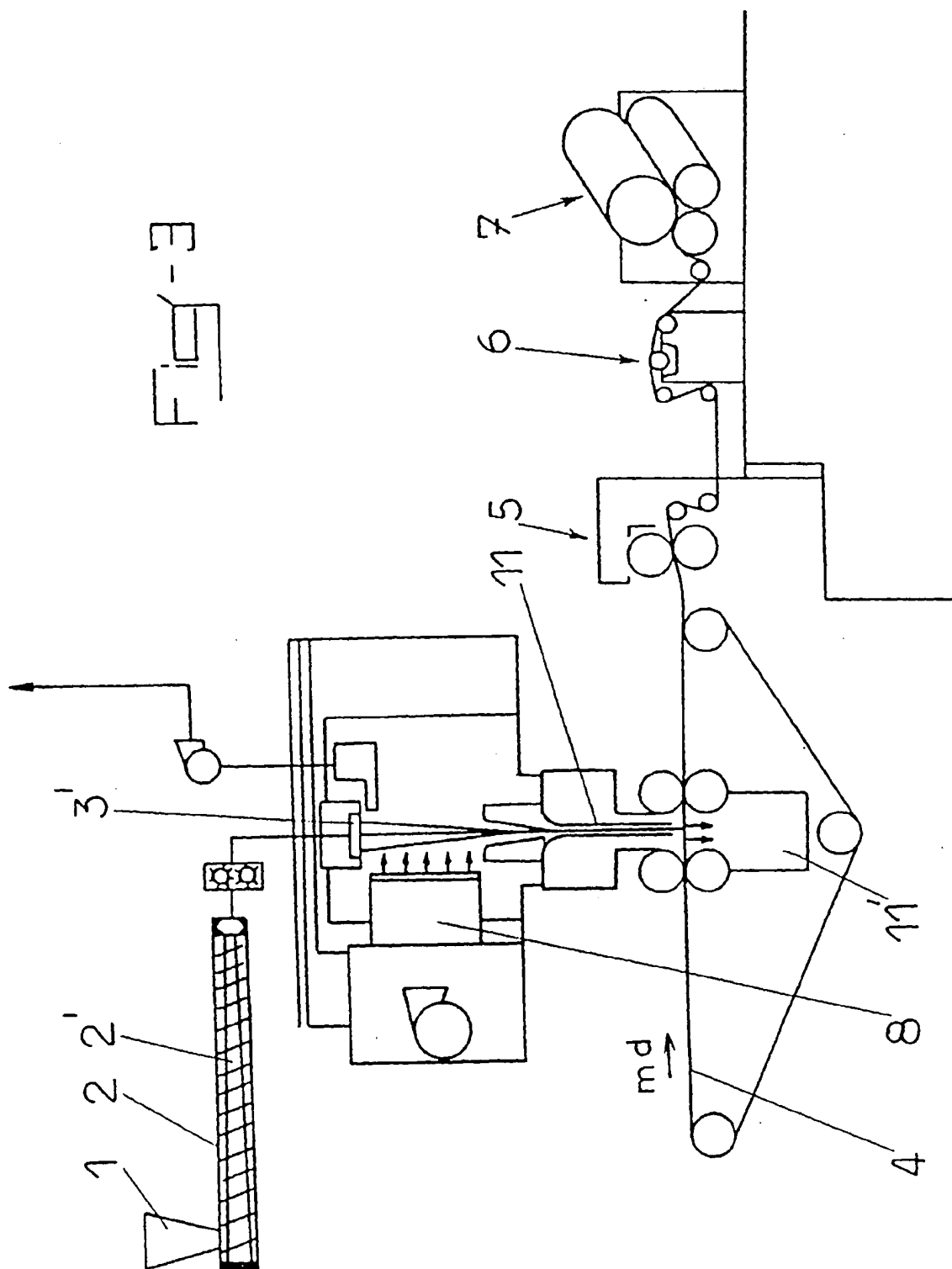


Fig-2



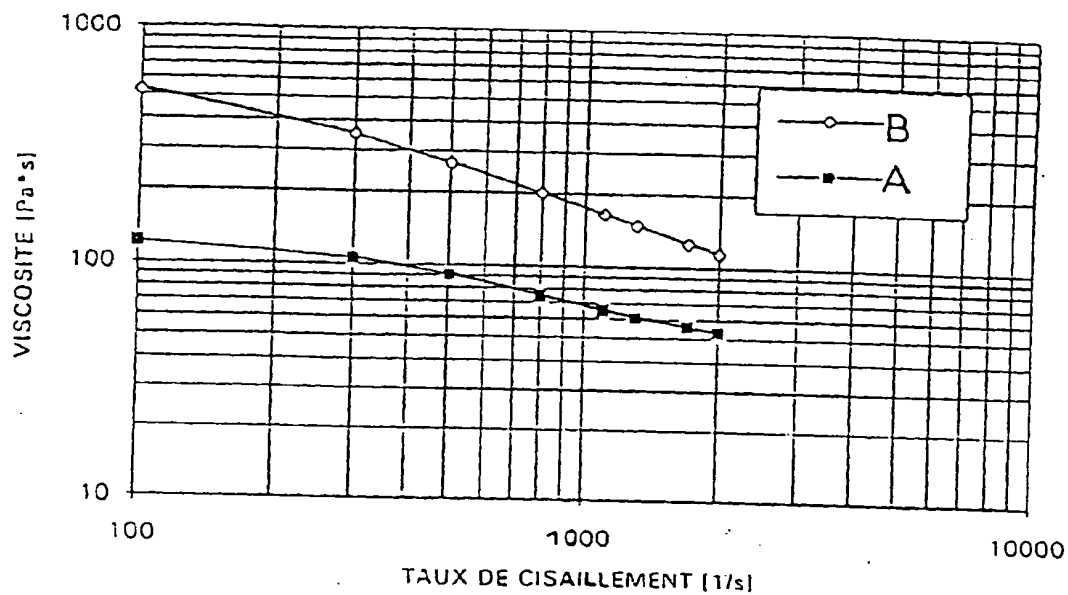


Fig. 4

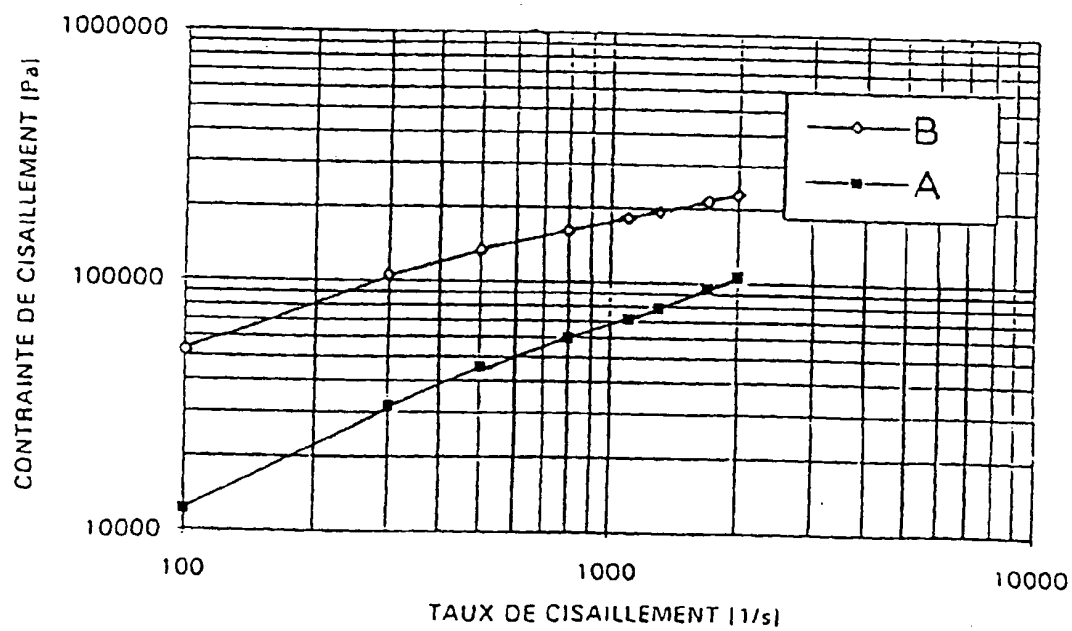



Fig. 5

Nonwoven containing an acid lactic polymer derivate, process of making and use thereof.

Patent Number: EP0637641
Publication date: 1995-02-08
Inventor(s): LAUFFENBURGER PATRICK (FR); BERTRAND ERIC (FR); EHRET PHILIPPE (FR); GUIPOUY PHILIPPE (FR)
Applicant(s): FIBERWEB SODOCA SARL (FR)
Requested Patent: ☐ EP0637641, B1
Application Number: EP19940470018 19940610
Priority Number(s): FR19930009649 19930802; JP19940200107 19940802
IPC Classification: D04H1/42; D04H3/16
EC Classification: D04H1/42, D04H3/16
Equivalents: CA2127754, ☐ FR2709500, ☐ JP8246320
Cited Documents: EP0530987; EP0510999; FR2083552; EP0150024; US4045418; JP4168150; JP2222421

Abstract

The subject of the present invention is a nonwoven based on polymers derived from lactic acid, the process for the production of and the use of such a nonwoven. Nonwoven consisting of filaments of a polymer material, characterised in that all the filaments composing it are made entirely from a polymer or from a polymer mixture derived from lactic acid. 

THIS PAGE BLANK (USPTO)